Waters

Application Note No. 2005020005J

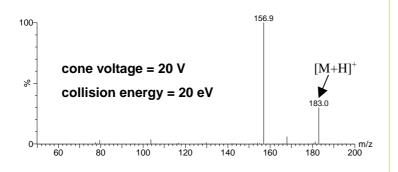
概要

ジクワットはジピリジウム系の除草剤で、パラコートと共に幅 広く使用されていますが、その毒性が強く、国内では厚生労 働省による水道水中の管理目標値(0.005 mg/L)が設定さ れています。

しかしながら、ジクワットはイオン性を有する四級アンモニウム基を持つ化合物であるため、移動相に使用する添加剤によっては、クロマトグラム上のピークが2本に分かれて検出されたり、検量線の直線性が得られに〈〈、測定が困難であることが知られています。

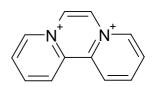
今回、移動相及び標準溶液の調製に、1%蟻酸とアセトニトリルの混合溶液を使用したところ、幅広い濃度範囲で定量性が得られることを確認しましたのでご紹介します。

図 1.ジクワットのプロダクトイオンスペクトル



MS1 で選択した擬分子イオンをコリジョンセルでフラグメンテーションさせたプロダクトイオンスペクトルです。m/z 183 m/z 157 のトランジッションをモニターする MRM で高感度・

構造式



ジクワット モノアイソトピック分子量:182.0844

分析条件

LC 条件

装置 :Alliance 2795 セパレーションモジュール

ነጋጋሬ : Waters Atlantis HILIC Silica $2.1 \times 150 \text{ mm}$, $3 \mu \text{ m}$, 40 m

移動相 :1% 蟻酸 - アセトニトリル(1:1, V/V)

流速 : 0.2 mL/min 注入量 : 5 µL

高選択が可能になります。

MS 条件

装置: Micromass Quattro micro API

タンデム四重極質量分析計

イオン化 :ESI ポジティブ

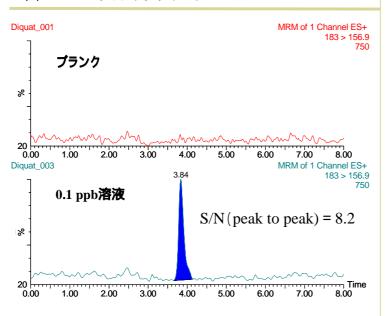
MRM 条件 :m/z 183.0@20 V m/z 156.9@ 20eV



MS TECHNOLOGIES

Waters

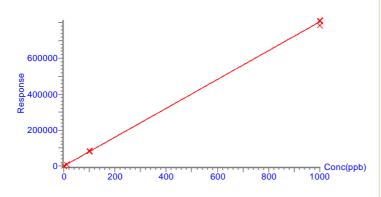
図 2. MRM クロマトグラム



1% 蟻酸 - アセトニトリル(1:1)で調製したジクワットの 0.1 ppb 標準溶液を測定して得たMRM クロマトグラムです。S/N(Peak to Peak)は、8.2 でした。HILIC カラムを使用する本法では、塩基性化合物用のカウンターイオンを移動相に添加する手法と比べ、MS/MS の検出感度を損なわずに定量を行うことができます。なお、蟻酸を使用せずに、水 - アセトニトリル(1:1)で標準溶液を調製した場合、一桁程度の感度低下が認められました。

図3. 検量線

Compound name: diquat Correlation coefficient: r = 0.999797, $r^2 = 0.999595$ Calibration curve: 804.637 * x + 4.25354 Response type: External Std, Area Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



0.1- 1000 ppb の 5 種類の濃度の標準溶液 n=3 で測定して作成した検量線を示しました。相関係数は 0.999 以上で、幅広い濃度範囲で直線性が得られることを確認しました。

For Complete & Confidence

Waters

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.co.jp

東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川 1-3-12 第5小池ビル

TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118

大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島 5-14-10 カトキチ新大阪ビル 11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734





